

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-302992

(43)Date of publication of application : 26.10.1992

(51)Int.Cl.

F27D 3/12
C04B 41/87
C23C 4/10

(21)Application number : 03-092922

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 29.03.1991

(72)Inventor : ISHIDA OSAMU
TOKUMARU KENJI

(54) REFRACTORY MATERIAL FOR BURNING CERAMICS

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a refractory material for a burning auxiliary tool such as a ceramic-based electronic component, etc., which is not reacted with a material to be burned.

CONSTITUTION: A refractory material for burning ceramics in which a surface of a heat resistant light weight molded form containing heat resistant inorganic fiber is covered with a porous ceramic coating, and further a plasma flame spray coating layer is formed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

A ● ①-③ - 76-61-12.

①

特開平4-302992
特開平4-302992-41/91

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-302992

(43) 公開日 平成4年(1992)10月26日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
F 2 7 D 3/12	S	8825-4K		
C 0 4 B 41/87	A	8821-4G		
C 2 3 C 4/10		6919-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平3-92922	(71) 出願人	000000158 イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地
(22) 出願日	平成3年(1991)3月29日	(72) 発明者	石田 修 岐阜県大垣市河間町3丁目200番地 イビ デン株式 会社内
		(72) 発明者	徳丸 賢治 岐阜県大垣市河間町3丁目200番地 イビ デン株式 会社内

(54) 【発明の名称】 セラミックス焼成用耐火物

(57) 【要約】

【目的】 被焼成物と反応しないセラミックス系電子部品等の焼成補助具用耐火物を提供する。

【構成】 耐熱性無機質繊維を含有する耐熱軽量成形体の表面に、多孔質のセラミックコーティングを施し、さらに、プラズマ溶射コーティング層を形成したセラミックス焼成用耐火物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 耐熱性無機質繊維を含有する耐熱軽量成形体の表面に、多孔質のセラミックコーティングを施し、さらにその上層に同一組成の材料をプラズマ溶射コーティングしてなるセラミックス焼成用耐火物。

【請求項2】 多孔質セラミックコーティング層の膜厚が $50\mu\text{m}$ 以上、 $200\mu\text{m}$ であり、さらに、プラズマ溶射コーティング層の膜厚が $50\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のセラミックス焼成用耐火物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、各種セラミックス製品たとえばセラミックス系電子部品（セラミックコンデンサ、アルミナ基板、フェライト素子、サーミスタ、バリスタ等）、セラミックス系摺動材料等を製造方法するに当たり焼成工程で被焼成物を支持させるために使用する匣、敷台等の焼成補助具として好適な耐火物に関するものである。

【0002】

【従来の技術およびその問題点】上述の焼成補助具用耐火物は、使用条件に応じた耐熱性と機械的強度を備えていなければならないが、一方では、炉使用時においてそれらが消費する熱エネルギーを少なくすると共に、昇温及び冷却に要する時間を短縮し、エネルギーコストの低減と生産性の向上をはかるため、なるべく軽量で断熱性の良いものがほしい。

【0003】そのほかに、この用途特有の問題として、焼成するセラミックスと反応しない事が必要とされる。すなわち、支持具と被焼成物が接触部分において反応すると、融着や組成変化による性能劣化などの不具合が生じるため、被焼成物とは焼成条件においていかなる反応も生じない事が要求される。また、被焼成物の表面性状を悪化させることのないよう、表面はなるべく平滑である事がのぞまれる。これらの要求は、近年、小型の電子部品の焼成に使われる焼成補助具については特に強いものとなっている。

【0004】耐火性粉末と耐熱性無機繊維との混合物を無機質結合剤を用いて成形して製造される軽量耐火物（特開昭63-206367号、特開昭59-88378号など）は、軽量で断熱性に優れ、強度も電子部品のような軽量被焼成物の支持には十分なものであるが、表面の平滑性、反応性など、表面性状において不満足なものであった。

【0005】セラミックス焼成補助具用軽量耐火物の表面性状の改良に関するものとしては、特開昭62-216974号や特開昭62-283885号の発明があり、耐火物表面にジルコニアコーティングやアルミナコーティングを施して表面を改質している。また、特開平2-102171号には、軽量耐火物の表面にプラズマ

溶射により、緻密なセラミックコーティング層が形成されたものが開示されている。

【0006】本発明の目的は、上述のような欠点のないコーティングを施されたセラミックス焼成用軽量耐火物を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明が提供するセラミックス焼成用耐火物は、耐熱性無機繊維を含有する軽量成形体の表面に多孔質なコーティングを施し、さらにその表層に同種類の材料をプラズマ溶射し、緻密なコーティング層を形成する事の特徴とする。

【0008】このセラミックス焼成用耐火物の中でも特に優れた特性のものは、多結晶高アルミナ質短繊維5~40%と残部アルミナ粉とからなる成形体の表面に、アルミナ含有率が98%以上で気孔率が20~50%の多孔質なセラミックコーティングを施し、さらにその表層に同種類の材料をプラズマ溶射し緻密なセラミックコーティングを施してなるものである。

【0009】本発明の耐火物において、多孔質セラミックコーティング層の厚さは $50\sim 200\mu\text{m}$ であることが好ましい。その理由は、多孔質セラミックコーティング層の厚さが $50\mu\text{m}$ 未満では、基材と溶射コーティング層の熱膨張率の違いによる熱応力を緩和する能力が不足し、溶射コーティング層が剥離し易く、又、 $200\mu\text{m}$ 以上では、多孔質コーティング層が基材と多孔質コーティング層の界面で剥離し易くなるからである。

【0010】また、溶射コーティング層の厚さは、 $50\sim 200\mu\text{m}$ であることが好ましい。その理由は、溶射コーティング層が $50\mu\text{m}$ 未満では、ワーク成分の腐食性ガスが耐火物中へ侵入することを防げず、耐火物の耐久性を向上させる事が不充分であり、一方 $200\mu\text{m}$ 以上の厚さの溶射コーティング層は、必要以上の厚さであり、経済的に好ましくないからである。又、品質的には、溶射コーティング層をより緻密化することが肝要で、少なくとも密度が96%以上であることが好ましく、コート材との衝突速度及び溶融温度の適性が重要である。

【0011】基材とコーティング材の選定に当たっては、好ましくは熱膨張係数差の小さい組合せとし、例えばムライト基材（熱膨張係数 $\alpha=5.3\times 10^{-6}$ ）に対しては、 Y_2O_3 部分安定化 ZrO_2 （ $\alpha=6.0\times 10^{-6}$ ）、アルミナ基材（ $\alpha=9.8\times 10^{-6}$ ）に対しては、 Y_2O_3 完全安定化 ZrO_2 （ $\alpha=10.0\times 10^{-6}$ ）をコーティング材とする組み合わせがよい。

【0012】以下、本発明の実施例について比較例と併せて説明する。

【0013】

【実施例】（実施例1）アルミナ含有率95%の多結晶高アルミナファイバー（商品名サフィールパルク：ICI社製）30%と粒子径 $3\mu\text{m}$ 未満の累積重量が65%の

アルミナ（商品名AMS-Z：住友化学工業社製）70%をスラリー濃度が1%となるように水中で攪拌混合したのち、有機バインダーとしてエマルジョンラテックスを外割で5%添加した後、カチオン系高分子凝集剤で凝集し、前記スラリーを吸引脱水成形した後脱水プレスし、乾燥したのち1450℃で3時間焼成し、厚み10mm、巾300×長さ300、嵩密度1.3g/cm³の平板を得た。

【0014】前記の平板に、平均粒径10μmのY₂O₃、完全安定化ZrO₂（日本研磨材社製）の50%スラリー溶液を膜厚100μmでスプレーコーティングし、乾燥後1400℃で2時間焼付けて気孔率が約30%の多孔質コーティング層を形成し、その後、ZrO₂をさらにその表層にプラズマ溶射コーティングを施し、厚さが100μm、密度が97%のコーティング層を形成した。その物性を評価したところ著しく耐火物の耐久性が改善された。

【0015】（実施例2）45μm以上のショット含有率を5%未満に脱ショット化したバルク（商品名U：バルク：イビデン社製）20%と前記アルミナ60%及び木節粘土（商品名豊徳木節：共立窯業社製）20%と外割で界面活性剤5%、ワックスエマルジョン50%とを万能混練機で混練した後、真空土練機で押し出し成形し、厚み20mm、巾300×長さ300の成形体を得た。更にこの成形体を80℃で乾燥したのち、1450℃3時間焼成し嵩密度1.0g/cm³の平板を得た。この平板に平均粒径12μmのY₂O₃、部分安定化ZrO₂（Y₂O₃：添加率6%品）を実施例1と同様の方法

でスプレー及び溶射コーティングを施し、その物性評価した。

【0016】（比較例1）実施例1で得られた平板に150μmの厚さのY₂O₃、完全安定化ZrO₂、溶射コーティングのみを施した。これをくり返しの加熱冷却テストをしたところ、基材とコーティング層の界面で著しいコート剥離が発生した。

【0017】（比較例2）実施例1で得られた平板に、150μmの厚さのY₂O₃、完全安定化ZrO₂のスプレーコーティングを施し、1400℃2時間で焼き付けた。これをセラミックコンデンサー焼成用治具材として使用したところ、ワーク成分の耐火物への浸透量が多く、耐火物の緻密化が進行し、30回の使用でヒビワレが発生した。

【0018】（比較例3）実施例1で得られた平板に、100μmの厚さのY₂O₃、完全安定化ZrO₂のスプレーコーティング及び焼き付けをした後、同様のZrO₂を30μmの厚さに溶射コートし、コンデンサーワークをのせて使用したが、溶射皮膜の効果が少なく耐火物の耐久性は改善されなかった。

【0019】（比較例4）実施例1で得られた平板に、30μmの厚さのY₂O₃、完全安定化ZrO₂のスプレーコーティング及び焼き付けをした後、同様のZrO₂を100μmの厚さに溶射コートし、くり返しの加熱冷却テストを行ったところ、溶射コーティング層に初期剥離が発生した。

【0020】

【表1】

表 1

材 質	実 施 例 1	実 施 例 2	比 較 例 1	比 較 例 2	比 較 例 3	比 較 例 4
	アルミナ質 Y ₂ O ₃ 完全被覆コート (絶縁被覆コート)	ムライト質 Y ₂ O ₃ 部分被覆コート (絶縁被覆コート)	アルミナ質 Y ₂ O ₃ 完全被覆コート (絶縁被覆コート)	←	←	←
材 質	Y ₂ O ₃ 完全被覆コート (絶縁被覆コート)	Y ₂ O ₃ 部分被覆コート (絶縁被覆コート)	Y ₂ O ₃ 完全被覆コート (絶縁被覆コート)	←	←	←
膜厚 (μ)	100	←	150	150	30	100
材 質	Y ₂ O ₃ 完全被覆コート (多孔質コート)	Y ₂ O ₃ 部分被覆コート (多孔質コート)	←	←	Y ₂ O ₃ 完全被覆コート (多孔質コート)	←
膜厚 (μ)	100	←	←	←	100	30
ワーク成分の 浸透量	極めて少ない	少ない	少ない	多い	多い	少ない
基材耐久回数	≥50	50	初燃焼 (不可)	30	32	初燃焼 (不可)
コート膜の特性	OK	OK	初燃焼 NG	OK	OK	初燃焼 NG
ワーク特性	優	良	不可	良	良	不可
評 価	◎	○	×	△	△	×

【0021】

【発明の効果】以上の様に本発明の電子部品焼成用軽量耐火物は、特にバリスタ、サーミスタ、圧電素子 (PZT)、セラミックコンデンサー等の電子部品は勿論のこと、低融点酸化物を含有する電子部品をも極めて効率よ

く焼成でき、焼成スピードのアップによる生産性の向上、及び省エネによる製品のコストダウンが得られるとともに、従来の緻密質耐火物と同等の耐久性をも得られるようになった。